Rev. CO066000

順相クロマトグラフィー用カラム

TSKgel NH_2-100 3μm

取扱説明書

東ソー株式会社

TOSOH

ご使用の前に

- 本製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください．
- この取扱説明書は，いつも手元においてご使用ください．
- 製品本来の使用方法および取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
- 本書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解の上，必ず従ってください．
  以上の指示を必ず厳守してください．
  指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

- 取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
- 取扱説明書の全部または一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
- 取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問い合わせください．
- 取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この「安全上のご注意」をよくお読みのうえ，正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- 「警告」「注意」の意味は次のようになっています．

⚠ 警告	回避しないと，死亡または重傷を招く可能性がある状況．
⚠ 注意	回避しないと，軽傷を負うかまたは物的損害が発生する危険な状況．

ご使用時

⚠ 警告

●火気厳禁

- 引火性のある溶媒を使用する場合，火気の使用は厳禁です．火災，爆発の原因になります．

⚠ 注意

●換気に注意を

- 引火性，毒性のある溶媒を使用する場合，十分換気をしないと火災，爆発，中毒の原因になります．

●液漏れに注意を

- 溶媒等の液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を着用し，液を取り除いてください．

⚠ 注意

●保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は,保護メガネ,手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります.

●取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分注意してください.

●適切な使用方法を

- 本カラムは分離，精製等に用いるもので，それ以外の目的には使用しないでください.

●圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．又，カラム材質により破裂，飛散等の可能性がありますので，規定以上の圧力にならないようにご注意ください．適切な保護具を着用し，十分注意して作業をおこなってください.

●分離精製物の取扱いに注意を

- 得られた分離精製物または精製溶液を製品および中間体として使用する場合は，十分にその安全性の確認をおこなってご使用ください.

●処分には適切な処置を

- 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処置をおこなってください.

取扱い上のご注意（出荷溶媒に関する注意）

応急処置	眼に入った場合	• 流水で 15 分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう． • 医師の手当てを受ける．
	皮膚に付着した場合	• 水等で洗い流し医師の手当てを受ける．
	吸入した場合	• 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこない，医師の手当てを受ける．
	飲み込んだ場合	• 口腔を水洗し，医師の手当てを受ける．
取扱いおよび保管上の注意	火気等の注意	• 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用および接地等をおこなう．
	換気	• 発散源を密閉する設備または局所排気設備で換気する．
	身入り容器の取扱い	• 容器は破損につながる粗暴な取扱いをしない．
	身体の洗浄	• 取扱い後は顔，手，口等を水洗する．
	取扱い時の保護具	• 取扱いの際は耐油性ゴム手袋，保護メガネおよび有機ガス用保護マスク，保護衣，長靴を着用する．
	危険有害物等の保管	• 火気，加熱等に注意して保管する． • その他のものと区分けし漏れ，飛散，こぼれ等に注意して保管する．
	空容器の保管	• 空容器は残存物の発散を防ぎ屋外の一定の場所に置く．
廃棄上の注意	処分方法	• 廃棄する場合は認定を受けた産業廃棄物処分業者に委託する．
	一般的な留意事項等	• 処分作業は可燃物，有害物の取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．
	空容器の処分	• 空容器を処分する場合は，水，蒸気等で十分に洗浄して残留物がないことを確かめた後におこなう．
	処分上の注意	• 焼却処分する場合は窒素酸化物ガスを発生するので排ガス対策をおこなう．（アセトニトリル含有溶媒）

□ 出荷溶媒；85 %アセトニトリル水溶液

取扱い上のご注意（充てん剤に関する注意）

応急処置	眼に入った場合	• 流水で 15 分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるようにおこなう． • 医師の手当てを受ける．
	皮膚に付着した場合	• 水等で洗い流す．
	吸入した場合	• 空気の新鮮な場所に移動しうがいをおこなう．
	飲み込んだ場合	• 口腔を水洗し，医師の手当を受ける．
取扱いおよび保管上の注意	火気等の注意	• 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用および接地等をおこなう．
	換気	• 換気設備などで換気する．
	取扱い時の保護具	• 取扱いの際は保護メガネおよび防じんマスクを着用する．
廃棄上の注意	処分方法	• 廃棄する場合は認定を受けた産業廃棄物処分業者に委託する．
	一般的な留意事項等	• 処分作業は取扱いおよび保管上の注意事項に留意しておこなう．
	処分上の注意	• 焼却処分する場合は窒素酸化物ガスを発生するので排ガス対策をおこなう．

□ アミノアルキル基導入シリカゲル

目　次

1. はじめに …… 1
2. ご使用の前に …… 1
3. カラム各部の名称 …… 1
4. 装置へのセットと注意 …… 2
5. カラム使用上の注意 …… 6
6. カラムの保存方法 …… 6
7. 溶媒の選択 …… 7
8. 使用流速 …… 9
9. 使用温度 …… 10
10. 試料溶液の調製 …… 10
11. 理論段数，非対称係数の測定 …… 11
12. ガードカラム …… 12
13. トラブル発生時の処置法 …… 13
14. 品質規格および保証 …… 15
15. おわりに …… 16

2009 年　1 月作成

1. はじめに

TSKgel NH_2－100 3 μm は，糖類，核酸などの親水性低分子化合物測定用カラムです．

この高性能カラムの性質を十分に発揮させて効果的にご使用いただくために，ご使用の前にこの取扱説明書をよくお読みのうえ，正しくご使用くださいますようお願いいたします．

2. ご使用の前に

まず，梱包状態およびカラムの外観に異常はないか確かめてください．

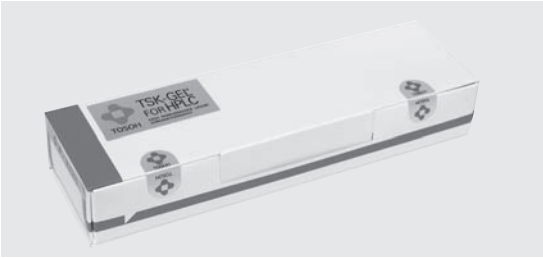


図 1　梱包外観図

つぎに，カラムと別に次の品物が入っていますので，ご確認ください．

- 取扱説明書…… 1 通
- 検査票（INSPECTION DATA）…… 1 通

3. カラム各部の名称

1）分析カラム

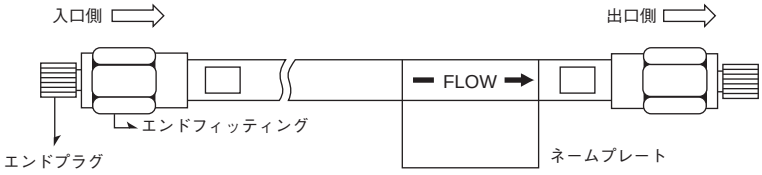
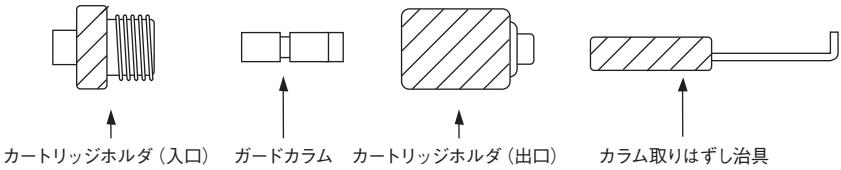


図 2　カラム見取図

2）ガードカラム

内径3.2 mm×長さ1.5 cm（内径4.6 mm分析カラム用）



内径2.0 mm×長さ1 cm（内径2.0 mm分析カラム用）

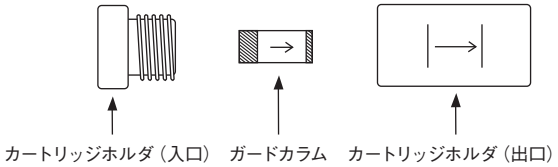


図３　カラム見取図

4. 装置へのセットと注意

4－1　カラム部品の接続方式

分析カラムは，ネジ込み方式で，インチ規格です．これらのカラムのネームプレートには，品名，Column No. 等を記載しています．

一方，ガードカラムはカートリッジ方式であり，袋に貼り付けてあるラベルの品名をご確認のうえご使用ください．なお，判別のため，カラムの胴体部に品番が刻印されています．

4－2　カラムの通液方向

図２，３に示した矢印の方向，すなわちネームプレートの FLOW の矢印のとおりに使用してください．逆方向に長時間液を流すと，カラムの性能が低下します．

4－3　気泡の混入防止

カラムを装置にセットする際，また取りはずす際に，カラム内に空気を入れないよう十分注意を払い，必ず装置の全配管系の気泡を除いた後，カラムを装置にセットしてください．カラム内に気泡を入れますとチャネリング等により性能が低下します．

4−4　カラムの接続

4−4−1　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てくる場合

カラムは装置の全配管系の気泡を除いたことを確認して接続します．カラムの入口側のエンドプラグをはずしたとき，エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てきた場合，先に述べたように気泡をカラムに入れないよう注意しながら装置に接続してください．

4−4−2　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合

カラム入口側のエンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合には，カラム出口側エンドフィッティングと装置とを接続し送液ポンプにより溶媒を送り，逆流しによって入口側エンドフィッティング付近の気泡を溶媒で押し出してください（この際，急激な加圧，あるいは送液は，カラムの性能が低下しますので，溶媒は最大圧力の 1/2 以下となる流速で送り込んでください）．

4−4−3　気泡が出ないことを確認したら

カラム入口側エンドフィッティングより気泡が出ないこと，および溶媒がにじみ出ることを確認した後，カラムを正常な通液方向にして，入口側エンドフィッティングと装置を接続してください．

4−4−4　装置への接続と注意点

カラムと装置の接続は，1/16 インチリードパイプを用いますが，分析用ではデッドボリュームを少なくするためリードパイプの長さを短くして，さらに，内径 0.4 mm 以下のものを用いてください．リードパイプは，エンドフィッティングの奥に当たるまで差し込んでおいた状態でフェラルを固定してください．リードパイプとエンドフィッティングとの間にすき間があると，溶媒の流れが乱れ，分離能が低下します．

以下の点について，ご配慮ください．

1）カラムコネクタフェラルの位置

カラムと装置の接続には，外径 1/16 インチのリードパイプを用います．フェラルの固定位置は，従来の当社カラムの先端部長さ（h ＝ 4 mm）とは異なり，図 4 に示すようにパイプ先端から 2 mm となっていますのでご注意ください．先端部が長すぎたり短すぎたりする場合，バンドの広がりの原因となり，十分な性能を維持することができなくなることがありますので注意が必要です．

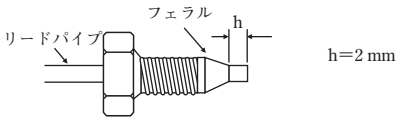


図 4　TSKgel NH_2－100 3 μm におけるコネクタフェラルの位置

2）接続パイプの先端部の加工

リードパイプの先端部端面は,図 5 のように加工精度を高くする必要があります.先端部が変形していたりつぶれていたりする場合，バンドの広がりの一因となりますので注意が必要です．接続には，端面処理された当社カラムパイプをご使用いただければ，端面処理の心配はありません.

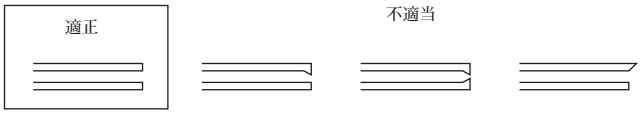


図 5　接続パイプの端面加工

3）接続配管長さ（容量）

インジェクタ / カラム間およびカラム / 検出器間の配管は小さい容量を用います.容量ではいずれも 2 μL 以下が好ましく，0.1 mm 内径の配管では長さ 20 cm 以下が適当です.

4）検出器

フローセル容量が2μL以下のフローセルを用いると,高い理論段数が得られます.通常の 8 ～ 10 μL（ヒートシンク付き）のフローセルでは，バンドの広がりが大きく理論段数が低下します．ヒートシンクを取りはずした場合，理論段数が向上します.

検出器の時定数は 50 ms 以下に設定してください．1.0 s では，40 %程度性能が低下します.

4－5　測定開始前

カラムのセット終了後，測定を開始しますが，その際，先にも述べましたように急激な加圧，送液はカラムの性能が低下しますので避けてください．とくに急激な

圧力の立上がりを示す送液ポンプは使用しないでください．

4－6　脈流対策

このカラムは，脈流に対して非常に影響を受けやすいので，十分に注意してください．送液ポンプは，脈動のないものを選んでください．もし脈動のあるポンプをご使用の場合は，パルスダンパ（アキュムレータ）をポンプ吐出側に接続して，脈流を消去してください．

4－7　HPLC システム

グラジエント溶出をおこなう場合，(特にセミミクロカラムを使用する場合）デッドボリュームが小さく，高精度で再現性の高い高圧（吐出）グラジエント方式をおすすめします．

4－8　測定終了後

4－8－1　測定温度が室温より高い場合

測定終了後，すぐにポンプを止めないで，カラムの温度が室温に下がるまで送液を続けてください．温度が高い状態のままポンプを止めると，溶媒の収縮によりカラム内に気泡を引き込むことがあります．

4－8－2　測定が終了し，翌日も同一カラム系で測定される場合

全配管系の漏れがなければ，装置内にセットしたままで，翌日使用されてもかまいません．ただし，次の使用が 3 日以上後になる場合には，以下の操作をおこない，カラムを保存してください．

4－8－3　溶離液として塩水溶液を使用していた場合

使用した緩衝液や塩溶媒が析出しない濃度の水溶性有機溶媒と蒸留水またはイオン交換水との混合溶媒で全配管系を十分洗浄してください．洗浄は，最大圧力を超えない流速でおこなってください．また液量は，カラム内容積分と配管系を置換するために必要な溶媒量以上としてください．

4－8－4　溶離液として水溶性有機溶媒と塩水溶液の混合溶媒を使用していた場合

全配管系を測定溶液と同じ比率の水溶性有機溶媒と蒸留水またはイオン交換水の混合溶媒で洗浄してください．洗浄時の液量および流速は 4－8－3 項と同じです．

4−8−5　溶離液として有機溶媒または有機溶媒と水との混合溶媒を使用していた場合

特に洗浄は必要ありません.

4−8−6　長期保存の場合

再使用までの期間が比較的長い場合には，6−1 保存方法に従ってカラムを保存してください.

5. カラム使用上の注意

溶離液として水および酢酸塩水溶液と水溶性有機溶媒（アセトニトリルなど）の混合溶媒を使用される場合，溶離液中の不純物の蓄積によりカラム性能が低下することがありますので，必ずガードカラムを接続してご使用ください．また，定期的にカラムの洗浄をおこなってください．ガードカラムの交換およびカラムの洗浄方法は，12−3 ガードカラムの交換をご参照ください.

緩衝液などの塩溶液を使用する場合，アミノ基の対イオンの種類（出荷時　リン酸イオン）により保持力が変化しますので，十分に対イオンの置換をおこなってご使用ください．LC/MS で使用される場合には，特にご注意ください．対イオンの置換方法は，7−1 使用溶媒への置換をご参照ください.

6. カラムの保存方法

6−1　保存方法

4−8−3 ～ 4−8−5 項の操作を施したのち，カラムを装置からはずし，両端をカラム納入時と同じようにエンドプラグを使って封をしてください. また,カートリッジ方式のガードカラムは，カートリッジホルダからの脱着を繰り返しおこなうことによって，カラムの性能が低下する場合がありますので，カートリッジホルダに装着した状態のまま，カートリッジホルダの両端にエンドプラグを使って封をすることを推奨いたします.

6−2　保存時の温度

カラムは室温にて温度変化の小さい場所（恒温室）に保存してください.

6−3　直射日光

直射日光を避けて保存してください.

6－4　腐食性ガス

腐食性ガスが発生しない安全な場所に保存してください．

7. 溶媒の選択

7－1　使用溶媒への置換

カラムは，85 %アセトニトリル水溶液で出荷されていますので，使用溶媒に置換して，ご使用ください．緩衝液などの塩溶液を使用する場合，アミノ基の対イオンを置換するために，5 %水溶性有機溶媒を含む緩衝液（例　200 mmol/L ギ酸アンモニウム / アセトニトリル＝ 95/5）で 1 h 以上通液してください．特に LC/MS で使用される場合，十分に対イオンの置換をおこなうように注意してください．溶媒の置換は，測定流速の 1/2 の流速か，表 1 に示す最大圧力を越えない流速でおこなってください．なお，使用溶媒と出荷溶媒との間に相溶性がない場合には，双方の溶媒に溶解する溶媒組成で一度置換してください．また，大幅な溶媒組成の変化，および頻繁な溶媒交換は，カラムの性能低下を早めますので，ご注意ください．

7－2　水溶液系で使用する場合の使用可能な pH 範囲

溶離液として水溶液系で使用する場合，混合する水溶液の pH にご注意ください．

溶離液の pH は，pH 2.0 ～ 7.5 の範囲でご使用ください．また，使用可能な pH の上限付近においては溶離液や測定条件によりカラム寿命が短くなる場合があります．

7－3　水溶液系で使用する場合の有機溶媒濃度

緩衝液などの塩溶液と水溶性有機溶媒との混合系では，塩が析出しないことを確認してください．塩が析出するとカラムが急激に劣化する場合があります．

7－4　溶媒選択の目安

分配，吸着型充てん剤は，充てん剤に対する移動相（溶媒）と試料との極性（親和力）の差によって試料を分離します．このため親和力の弱い移動相を用いると，試料は吸着され，測定時間が長くなります．逆に充てん剤より親和力の強い移動相を用いると試料は分離されず溶出します．したがって，適当な親和力（極性）の溶媒を選択する必要があります．

7－5　溶媒選択の注意事項

カラムの性能を十分に発揮させるために，またカラムの劣化を早めないために，以下の注意を必ず守ってください．

7−5−1　検出器との関係

試料と移動相の物性の差により定量をおこなうので，UV 吸収の差，屈折率の差に注意してください．RI 検出器を使用する場合は，試料との屈折率の差の大きい溶媒，また UV 検出器を使用する場合は，測定波長において吸収の弱い溶媒を選択してください．

7−5−2　溶媒の粘度

粘度の高い溶媒を用いるときは，圧力損失が大きくなり，ポンプ，カラムの劣化原因となりますので，ご注意ください．

7−5−3　溶媒の沸点

25 ℃以上でご使用のときは，溶媒の沸点にご注意ください．

7−5−4　有機溶媒系で使用する場合の溶媒中の水の存在

溶媒中に水分が存在する場合，存在していない溶媒との分配係数が異なり，分配係数の値が安定しないことがありますので，ご注意ください．溶媒は使用する前に十分脱水してください．

7−5−5　試料の溶解度

試料が完全に溶解する溶媒を選択してください．試料が完全に溶媒に溶解しない場合，カラム内での析出によるつまり，充てん剤の劣化の原因となります．

7−5−6　溶媒中の不純物

溶離液に使用した水や試薬中の不純物はゴーストピークの原因となるばかりではなく，カラムを汚染し，劣化を早めます．したがって，水は超純水，HPLC 用蒸留水，注射用蒸留水を，有機溶媒は HPLC グレードを使用し，試薬類は HPLC グレードまたは特級品を使用してください．また，溶離液はフィルタ（0.22 μm または 0.45 μm）でろ過したものを使用してください．調製後 3 日以上経過した溶離液の使用はさけてください．

7−5−7　ラインフィルタ

溶離液に含まれる微粒子や不純物のカラム内への進入を防ぐため，インジェクションバルブと送液ポンプの間にラインフィルタ（フィルタアッセンブリ，品番 0014594 とフロロポアフィルタ 0.45 μm，品番 0006280）を取り付けてください．

フィルタの交換時期は，使用する溶離液の種類あるいは溶離液の通液量によって異なりますが，流速 1.0 mL/min で送液した場合に，装置配管系の圧力損失がラインフィルタ装着直後よりも，1.5 ～ 2.5 MPa 上昇したときをフィルタ交換の目安としてください．また，フィルタ交換頻度が非常に高くなった場合は，フィルタ交換時にフィルタガードを超音波洗浄してください．組み立て時についてはフィルタアッセンブリに添付されている取扱説明書を参照してください．

7－6　脱気操作

溶媒の置換時（とくに有機溶媒添加系への置換時）および測定時に溶媒から気泡を発生し，カラム内へ気泡を混入することがあります．この気泡の発生を防ぐために，あらかじめ溶離液は十分に脱気をおこなってください．

8. 使用流速

8－1　流速設定について

使用流速は，分離能，測定時間，カラムの耐久性などを考慮して選択されます．流速が高いほど測定時間は短くなりますが，分離能は逆に流速が低いほど向上します．また，カラム耐久性の面からは流速が低い方が好ましく，トップオフ現象（カラム液入口側にすき間の空く現象）を起こしにくい利点があります．

8－2　適正流速

カラムの適正流速および最大流速は，使用する溶離液の有機溶媒の種類や組成によって異なります．

TSKgel NH_2－100 3 μm を初めて使用する場合，線速度が 6 cm/min に相当する流速（内径 2.0 mm カラムでは流速 0.20 mL/min，内径 4.6 mm カラムでは流速 1.0 mL/min）を目安としてください．なお，最大圧力付近では，使用する溶離液の種類によってカラムの寿命が短くなることがありますので注意してください．

TSKgel NH_2－100 3 μm の最大圧力を表 1 に示します．

8－3　溶媒の粘度

使用溶媒の粘度が低ければ，流速を高めにすることができます．逆に，溶媒の粘度が高ければ，流速を低めに設定してください．

表1　最大圧力

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	最大圧力 (MPa)
0021967	TSKgel NH_2-100 3μm	2.0×5	15
0021968	〃	2.0×15	20
0021969	〃	4.6×5	5
0021970	〃	4.6×15	15

9. 使用温度

9-1　使用温度範囲

TSKgel NH_2-100 3μm は，10 ℃～ 50 ℃の温度範囲でご使用ください．

※使用温度の上限である 50 ℃では，溶離液や測定条件によりカラム寿命が短くなる場合があります．

9-2　加温状態で測定する場合

溶媒はよく脱気してご使用ください．加温状態での測定が終了したらカラムの保護のため，4-8-1 項の注意を必ず守ってください．

10. 試料溶液の調製

10-1　試料調製

溶離液を用いて調製してください．

10-2　試料溶液中に不溶分，ゲル分がある場合

遠心分離やマイクロポアフィルタ（0.45μm など）によるろ過精製を必ずおこなってください．肉眼では見ることはできなくても，不溶分が存在する可能性があります．

10-3　試料溶液の組成

試料液の塩濃度，pH，有機溶媒の添加量を溶離液にあわせてください．

グラジエント溶出をおこなう場合は，初期溶離液に溶解することをおすすめします．塩濃度の高い試料は，脱塩して注入してください．

また，溶離液と混合することによって，不溶性物質を生成するような試料は，注入できませんので注意してください．

11. 理論段数，非対称係数の測定

カラムの理論段数，非対称係数および測定条件は，検査票（INSPECTION DATA）記載の通りです．

11－1　理論段数計算法

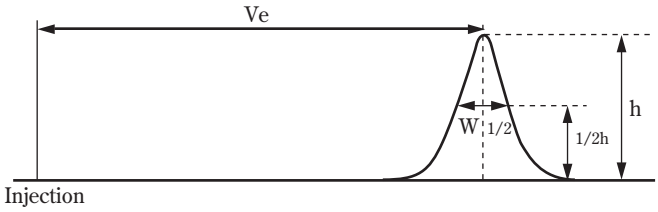


図６　理論段数計算法

カラムの理論段数は，半値幅法により計算をおこなっており，カラム当りの段数で表示してあります．

$N = 5.54 (Ve/W_{1/2})^2$

Ve　：溶出時間　　（min）

$W_{1/2}$：ピーク半値幅（min）

h　　：ピーク高さ

N　　：カラム当りの理論段数

11－2　非対称係数計算法

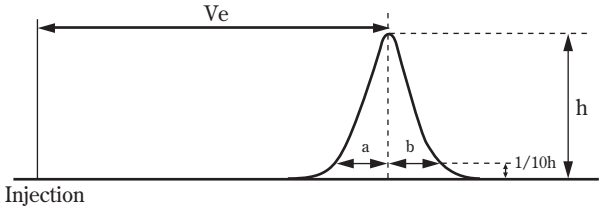


図７　非対称係数計算法

カラムの非対称係数は，1/10 h 法により計算をおこなっています．

As ＝ b/a

As　：　非対称係数

なお，カラム検定は，デッドボリュームを小さくした装置で測定しております．

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合，あるいは注入量を多くした場合は，規格値よりも低い理論段数を示すことがありますので，注意してください．

12. ガードカラム

12−1　ガードカラムの設置効果

試料中に充てん剤に吸着する物質が存在する場合，それがカラムの入口側に吸着され，しだいに蓄積し，カラムの段数低下，性能変化の原因となります．このようなとき，分析カラムの入口側にあらかじめガードカラムをセットしておいた場合，ガードカラムを交換することで吸着物質により劣化した性能を元の状態に戻すことが可能となります．より確実にトラブル発生を防ぐためにガードカラムを是非，ご利用ください．

ガードカラムの使用効果としては，

① 脈流，異常流速，圧力の増減による分析カラムのトップオフ防止

② 吸着性物質，不溶性物質のカットによる分析カラムの保護

などがあり，トラブル発生を防止できます．ただし，ガードカラムは，分析用カラムではありませんので，ガードカラムのセットにより分離能が向上することを目的としておりません．あくまでもトラブル防止対策としてご利用ください．

12−2　ガードカラムの種類と選択

TSKgel NH_2−100 3 μm 用のガードカラムとして，カートリッジ方式の TSKguardgel を用意しています．表 2，3 にガードカラムおよびカートリッジホルダの仕様を示します．

表 2　ガードカラムの種類

品番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)× 長さ(cm)	対象カラム 内径(mm)× 長さ(cm)
0021971	TSKguardgel NH_2−100 3μm	2.0×1	TSKgel NH_2−100 3μm (2.0×5, 15)
0021972	TSKguardgel NH_2−100 3μm	3.2×1.5	TSKgel NH_2−100 3μm (4.6×5, 15)

備考：ガードカラムは 1 セット 3 本入りです．

表 3　カートリッジホルダ

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)× 長さ(cm)
0019308	カートリッジホルダ (2.0×1)	2.0×1
0019018	カートリッジホルダ (3.2×1.5)	3.2×1.5

備考：カートリッジホルダにはフェラルとオシネが各 2 個およびステンレスパイプが 2 本付属品として付いています（品番 0019018 にはカラム取りはずし治具も付いています）．

12−3　ガードカラムの交換

ガードカラムは，吸着容量に限界があり，寿命があります．本カラムに汚染がおよぶ前に，早めに交換することが必要です．

交換の頻度は，使用目的，試料の性質（成分の性質，不純物の性質や量など），試料負荷量，溶離液，流速などの種々の要因に依存し，画一的に示すことはできません．

使用中におけるシステムの圧力上昇は，ガードカラムのエンドフィッティングのつまりや，ゲルの汚染を反映しますので，ある程度の圧力上昇が認められた場合，交換するのも一つの方法です．

測定データに変化が認められるようになった場合は,ただちに取り替えてください．

※ただし，水および酢酸塩水溶液と水溶性有機溶媒（アセトニトリルなど）の混合溶媒系の溶離液を使用する場合，内径 4.6 mm カラムで通液時間 70 h，内径 2.0 mm カラムで通液時間 40 h を目安にガードカラムの交換をおこなってください．また，ガードカラム交換時，および内径 2.0 mm カラムにおいては通液時間 20 h を目安に，本カラムを洗浄してください．カラムの洗浄は，5 %水溶性有機溶媒水溶液（例　5 %アセトニトリル水溶液）を 0.5 h 程度,測定流速の 1/2 の流速か，表 1 に示す最大圧力を越えない流速でおこなってください．

13.　トラブル発生時の処置法

使用中もし下記のようなトラブルが発生した場合，以下の手順にしたがってチェックをし，適切な処置をおこなってください．処置が適切であれば，初期状態に近い性能に回復することもありますが，カラムの寿命，吸着物質，気泡の混入，乾操，凍結等が原因の場合には，初期状態の性能は得られませんので，カラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

13−1　カラムエンドフィッティングトラブル

試料を注入後，急激に流量が低下した場合，同一流量でカラム購入時より大きく圧損が増大した場合，13−1−1 ～ 13−1−3 項の処置や確認をおこなってください．

13−1−1　つまり物の押し出し

カラムを装置より取りはずし，出口側エンドフィッティングをポンプ側配管に接続し通常の流速で送液して，入口側エンドフィッティングにつまったものをカラム外に押し出してください．この操作でつまったものが取れない場合，あるいはエンドフィッティングが破損した場合は，13−1−2 項の手順にしたがってエンドフィッティングの交換をおこなってください．

13−1−2　エンドフィッティングの交換

新しいエンドフィッティングを用意し，つまったエンドフィッティングをカラムより取りはずします．この際，ゲルが外部に漏れないよう細心の注意を払ってください．取りはずしたエンドフィッティングに残っているゲルを，新しいエンドフィッティングに移しカラムに取りつけます．

13−1−3　エンドフィッティングの交換後

交換が終わりましたら，4−4−2 項を参考にして，新しいエンドフィッティング側の気泡を取り除いた後，理論段数を測定し，段数の低下が起こっていないか確認してください．

13−2　分離能が急激に低下した場合

INSPECTION DATA の条件に従い，カラムの理論段数を測定してください．段数が正常であれば試料に原因があると思われます．理論段数が異常であれば，カラムの性能低下と考えられます．カラムの性能低下の場合は，以下の処置をおこなってください．

カラム系の分離能が急激に低下する原因としては，13−2−1 ～ 13−2−2 項が考えられます．

13−2−1　エンドフィッティングにゴミ等がつまり，流路に乱れを生じる場合

13−1 項を参考にして，エンドフィッティングを洗浄または交換後，理論段数を測定してください．

13−2−2　吸着物質が蓄積した場合

この場合は 13−3 項を参考にしてください．

13−3　使用中に試料が吸着して溶出しないか，または溶出がいちじるしく遅れる場合

長時間繰り返して測定しているうちに，溶出挙動がいちじるしく変化する場合がありますが，このような現象は，試料中の微量吸着成分が充てん剤表面に蓄積し表面状態が変化したために起こるものと考えられます．このような場合，性質の異なる溶媒で洗浄することにより分離能が回復することがあります．

以下に洗浄方法の例を示します．

① 疎水性物質の除去
有機溶媒の添加量を多くした溶離液を用いる．（アセトニトリル添加量 50 vol. %以上）

② 極性物質の除去
有機溶媒の添加量を少なくした溶離液を用いる．（アセトニトリル添加量 50 vol. %以下）

③ 酸性吸着物質の除去
緩衝液などの塩溶液と有機溶媒の混合液を用いる．（アセトニトリルと 50 mmol/L リン酸緩衝液（pH 6.0）の混合液（50/50，V/V））

14. 品質規格および保証

14－1 検査票（INSPECTION DATA）

検定条件，検定結果は，検査票記載のとおりです．このうち，理論段数はカラム当りの理論段数で，圧力は検定流速での圧力を表示してあります．

14－2 品質規格

以下の規格で出荷されておりますが，検定条件は INSPECTION DATA をご参照ください．

表 4 品質規格

品 番	品 名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/Column)	非対称係数
0021967	TSKgel NH_2-100 3μm	2.0×5	4,000	0.90～1.35
0021968	〃	2.0×15	15,000	0.90～1.35
0021969	〃	4.6×5	6,000	0.90～1.30
0021970	〃	4.6×15	18,000	0.90～1.30

14－3 保 証

①現品到着後，検査票並びにこの取扱説明書に記載の条件で，カラムの理論段数および非対称係数をチェックしてください．当社の責任で規格値をはずれている場合には良品と交換いたします．

②輸送中の事故などで，カラムに破損が認められる場合には良品と交換いたします．

③上記，品質不良につきましては現品到着後，2 週間以内にご連絡ください．
2 週間を過ぎた場合は良品としてお受取りいただいたものとみなします．

④カラムの寿命については，保証の対象外といたします．

⑤商品の仕様は，改良のため予告なく変更することがあります．

15. おわりに

本取扱説明書の内容に関して，ご不明な点あるいはご質問がありましたら，巻末の連絡先にご連絡ください.

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です.
HLC, TSK-GEL, TSKgel, TSKgel SuperMultipore,
BioAssist, Enantio, PStQuick,
エンバイロパック/Enviropak, トヨパール/TOYOPEARL, ToyoScreen,
TOYOPEARL GigaCap, トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap,
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK, TOYOPAK

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社　営業部　☎(03)5427-5180　〒105-8623　東京都港区芝3-8-2
大阪支店　バイオサイエンスG　☎(06)6209-1948　〒541-0043　大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店　バイオサイエンスG　☎(052)211-5730　〒460-0003　名古屋市中区錦1-17-13
カスタマーサポートセンター　☎(0120)17-1200　〒252-1123　神奈川県綾瀬市早川2743-1

Printed in Japan